



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106187799 B

(45)授权公告日 2018.12.14

(21)申请号 201610515628.4

(22)申请日 2016.06.30

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106187799 A

(43)申请公布日 2016.12.07

(73)专利权人 宜兴市前成生物有限公司

地址 214253 江苏省无锡市宜兴市新建镇
新丰北路22号

(72)发明人 席日新 刘涛

(74)专利代理机构 南京天华专利代理有限责任
公司 32218

代理人 徐冬涛 邢贤冬

(51)Int.Cl.

C07C 227/36(2006.01)

C07C 229/26(2006.01)

(56)对比文件

FR 2301498 A1,1976.10.22,第2页实施例.

CN 86107049 A,1988.05.04,实施例1.

CN 101289410 A,2008.10.22,全文.

JP 2010013385 A,2010.01.21,全文.

JP S6463558 A,1989.03.09,全文.

CN 103130669 A,2013.06.05,全文.

梁贞爱等.由L-赖氨酸制备DL-赖氨酸工艺
的研究.《延边医学院学报》.1989,第12卷(第4
期),第242-244页.

审查员 吴俊威

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法

(57)摘要

本发明属于化学领域,公开了一种制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法,以L-赖氨酸盐酸盐作为原料、去离子水作为溶剂,将原料L-赖氨酸盐酸盐溶于去离子水中,在密闭容器中,温度140~155℃、压力0.36~0.54MPa下消旋反应16~20小时,反应结束后反应液中加入活性炭脱色,压滤,滤液浓缩至过饱和,冷却,结晶,烘干制得DL-赖氨酸盐酸盐产品。本发明方法高温高压直接消旋制备DL-赖氨酸盐酸盐,简化了分离提纯步骤,收率可达85%以上,纯度可达99.5%。由于没有使用易燃易爆的溶剂,从而对车间和设备的无防爆要求,可大幅降低车间和设备的投入成本;采用了去离子水取代有机酸作为溶剂对环保处理能力要求也相应降低。

1. 一种制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法,其特征在于它以L-赖氨酸盐酸盐作为原料、去离子水作为溶剂,所述的L-赖氨酸盐酸盐和去离子水的重量体积比为0.2~0.3 g:1 mL,在密闭容器中,温度140~155℃、压力0.36~0.54MPa下消旋反应16~20小时,反应结束后反应液中加入活性炭脱色、压滤、滤液在温度55~60℃下浓缩至过饱和,冷却至25~30℃,静置结晶,烘干制得DL-赖氨酸盐酸盐产品。

2. 根据权利要求1所述的制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法,其特征在于所述的L-赖氨酸盐酸盐和去离子水的重量体积比为0.2~0.25 g:1 mL。

3. 根据权利要求1所述的制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法,其特征在于所述的消旋反应温度为148℃~152℃,压力为0.45~0.50MPa。

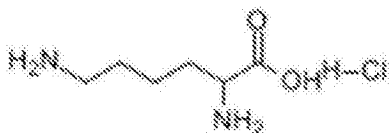
一种制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法

技术领域

[0001] 本发明属于化学领域,具体涉及一种制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法。

背景技术

[0002] DL-赖氨酸盐酸盐(DL-Lysine monohydrochloride)是一种化学产品,在水中易溶,在乙醇中溶解。化学式: $C_6H_{14}N_2O_2HCl$,分子量:182.65,化学结构式:



[0003]

[0004] DL-赖氨酸盐酸盐在食品和医药领域,特别是食品强化剂和医药原料药领域都有广泛的应用。如DL-赖氨酸盐酸盐为合成赖氨匹林主要原料之一,赖氨匹林作为一种消炎、解热、镇痛药,对治疗感冒、发烧、风湿痛、手术通及肿瘤疼痛均有明显效果。

[0005] 目前DL-赖氨酸盐酸盐的生产方法有:在有机酸作为溶剂的反应体系中加入L-赖氨酸、以醛类化合物作为催化剂实现赖氨酸的消旋,再加入甲醇丙酮冷却,晶体析出,离心制备DL-赖氨酸盐酸盐合格品。但是此方法生产过程中使用易燃易爆的醇类溶剂,对生产车间的安全性的以及员工的安全意识要求都比较高;由于国家对环境保护、职工的劳动保护的要求越来越高,员工也要求生产环境不会危害自身健康。且此方法固定成本(厂房和设备)投入比较大、收率相对偏低。

发明内容

[0006] 本发明的目的针对现有技术中使用易燃易爆的醇类溶剂、不利于环境保护、成本较高等问题,提供一种制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法,制备过程中采用高温高压直接消旋。

[0007] 本发明的目的可以通过以下措施达到:

[0008] 一种制备DL-赖氨酸盐酸盐的方法,以L-赖氨酸盐酸盐作为原料、去离子水作为溶剂,在密闭容器中,温度 $140\sim 155^{\circ}C$ 、压力 $0.36\sim 0.54MPa$ 下消旋反应 $16\sim 20$ 小时,反应结束后反应液中加入活性炭脱色,压滤,滤液浓缩至过饱和,冷却,结晶,烘干制得DL-赖氨酸盐酸盐产品。

[0009] 所述的L-赖氨酸盐酸盐和去离子水的重量体积比(g:mL)为 $0.2\sim 0.3:1$,优选为 $0.2\sim 0.25:1$ 。

[0010] 优选的,所述的消旋反应温度为 $148^{\circ}C\sim 152^{\circ}C$,压力为 $0.45\sim 0.50MPa$ 。

[0011] 优选的,滤液在温度 $55\sim 60^{\circ}C$ 下浓缩至过饱和,冷却至室温($25\sim 30^{\circ}C$),静置结晶。DL-赖氨酸盐酸盐的质量浓度在55%左右,此时出现结晶,说明溶液达到过饱和状态。

[0012] 结晶母液可以套用作为反应溶剂。

[0013] 本发明制备DL-赖氨酸盐酸盐的具体方法,包括以下步骤:

[0014] 步骤(1)、以L-赖氨酸盐酸盐作为原料、去离子水作为溶剂,将L-赖氨酸盐酸盐溶

于去离子水中,在密闭容器中,温度140~155℃、压力0.36~0.54MPa下高温高压直接消旋16~20小时;

[0015] 步骤(2)、反应液降温至70~75℃,加入活性炭脱色,压滤,滤液在温度60℃下浓缩至过饱和,搅拌冷却至室温(25~30℃),静置结晶,烘干得到DL-赖氨酸盐酸盐成品。

[0016] 本发明的有益效果:

[0017] 1、通过本发明改进型工艺生产DL-赖氨酸盐酸盐,由于没有使用易燃易爆的溶剂,从而对车间和设备的无防爆要求,大大降低车间和设备投入成本,约减少投入成本50%;

[0018] 2、采用了去离子水取代有机酸作为溶剂对环保处理能力要求也相应降低;同时简化了分离提纯步骤,工艺操作简单;

[0019] 3、采用本发明方法高温高压直接消旋制备DL-赖氨酸盐酸盐,操作简单,简化了分离提纯步骤,收率可达85%以上,纯度可达99.5%。

具体实施方式

[0020] 实施例1

[0021] 在3L不锈钢反应釜内投料:L-赖氨酸盐酸盐400g、去离子水1600mL,升温到150℃,升压到0.48MPa,定时取样检测反应液的旋光度,反应18小时后反应液比旋光度为“0”,消旋到达终点;将反应溶液降温并转入3000mL烧杯中,将烧杯中溶液温度保持在70℃时,加入活性炭脱色、压滤,滤液在60℃浓缩至过饱和,搅拌冷却,室温(25℃)结晶,烘干得成品320g(收率85%),母液套用后收率可达92%。

[0022] 实施例2

[0023] 在3L不锈钢反应釜内投料:L-赖氨酸盐酸盐500g、去离子水2000mL,升温到152℃,升压到0.50MPa,定时取样检测反应液的旋光度,维持16小时,反应液比旋光度为“0”,消旋到达终点,将反应溶液降温并转入3000mL烧杯中,将烧杯中溶液温度保持在72℃时,加入活性炭脱色、压滤、滤液在60℃浓缩至过饱和,搅拌冷却,室温(25℃)结晶,烘干得成品430g(收率86%),母液套用后收率可达93%。

[0024] 对比例

[0025] 在3L不锈钢反应釜内投料:L-赖氨酸盐酸盐500g、去离子水2000mL,升温到156℃、升压到0.56MPa,维持12小时,消旋到达终点,将反应溶液降温并转入3000mL烧杯中,将烧杯中溶液温度保持在72℃时,加入活性炭脱色、压滤、滤液在60℃浓缩至过饱和后,搅拌冷却,室温(25℃)结晶,烘干得成品330g(收率66%),母液套用后收率可达72%。

[0026] 表1实施例1-2和对比例制得的DL-赖氨酸盐酸盐产物的检测结果

[0027]

检测项目	检测标准	检测结果		
		实施例 1	实施例 2	对比例
透光率	≥98.0%	99.0%	98.8%	98.8%
铵盐(NH ₄ ⁺)	≤0.03%	<0.02%	<0.02%	<0.02%
铁盐(Fe)	≤30ppm	<10ppm	<10ppm	<10ppm
硫酸盐(SO ₄)	≤0.02%	<0.02%	<0.02%	<0.02%
旋光度	0°	0°	0°	0°
干燥失重	≤0.50%	<0.38%	<0.4%	<0.4%
灼烧残渣、硫酸灰分	≤0.10%	0.06%	0.07%	0.07%
含量	98.5% – 101.0%	99.6%	99.5%	99.6%
结论		产品合格	产品合格	产品合格 收率偏低，部分发生炭化